

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication :
(A n'utiliser que pour les
commandes de reproduction).

2 470 167

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 79 28472

(54) Procédé de récupération de titane.

(51) Classification internationale (Int. Cl.³). C 22 B 34/12, 1/02, 3/00
/ C 01 G 23/053; C 09 C 1/36.

(22) Date de dépôt..... 19 novembre 1979.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 22 du 29-5-1981.

(71) Déposant : Société dite : UOP INC., résidant aux EUA.

(72) Invention de : William Kent Tolley.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Cabinet Lavoix,
2, place d'Estienne-d'Orves, 75441 Paris Cedex 09.

Le titane sous forme métallique ou sous forme d'un composé est un élément important dans les séries chimiques. Par exemple, le bioxyde de titane est utilisé dans des pigments pour peintures, des caoutchoucs et des matières plastiques blanches, des revêtements de sols, des articles en verre et en céramique, des encres pour peintures, comme agent opacifiant pour les papiers, etc... Les autres composés de titane sont utilisés en électronique, comme retardateurs de l'inflammation, comme agents hydrofuges, etc... Le métal peut être utilisé tel quel ou sous forme d'alliage comme matériau de structure dans l'aéronautique, dans les moteurs à réaction, dans l'équipement de marine, dans l'industrie textile, dans les instruments de chirurgie, dans les prothèses orthopédiques, dans les équipements sportifs, dans les appareillages de manipulation alimentaire, etc... Jusqu'à présent, dans la récupération de titane à partir de sources de titane telles que l'ilménite, le rutil, etc..., le titane était soumis à des étapes de séparation qui mettaient en oeuvre la formation de titane comme composé sous un état de valence de +4, de tels composés concernant en général des oxydes de titane. Cependant, lorsque l'on essaie de séparer le bioxyde de titane des impuretés qui sont également contenues dans le minerai, telles que le fer, l'hydrolyse du bioxyde de titane à des températures élevées conduit généralement également à l'obtention de quantités relativement importantes de fer simultanément avec le titane.

Jusqu'à présent dans les techniques antérieures, divers procédés ont été utilisés pour récupérer le titane à partir de sources de titane. Par exemple, dans le brevet US n° 3 236 596, un minerai d'ilménite non grillé est lixivié avec du chlorure d'hydrogène à une température élevée. A la suite de cette étape, le fer dissous est réduit à l'aide de fer ou d'autres agents réducteurs pour précipiter le chlorure ferreux en saturant la liqueur avec du chlorure d'hydrogène gazeux. Le chlorure d'hydrogène est ensuite extrait de la liqueur par une distillation sous vide et le titane est récupéré par des moyens classiques. De même, dans le brevet US n° 3 825 419, un minerai d'ilménite est réduit pour produire des oxydes ferreux. Le minerai réduit est ensuite lixivié pendant environ 4 heures sous une pression modérée afin de dissoudre le

fer dans l'acide en même temps qu'environ 15 % de titane. Le fer est récupéré sous forme d'oxyde ferrique contenant des impuretés, dans un dispositif de grillage par pulvérisation, alors que le produit insoluble qui est essentiellement du bioxyde de titane, mais qui contient la totalité de la silice présente dans le minerai initial, est récupéré. Le brevet US n° 3 859 077 décrit également un procédé de récupération de titane dans lequel un tétrahalogénure de titane est mélangé avec de l'oxyde de fer contenu dans du laitier ou un minerai titanifère, à une température extrêmement élevée d'environ 1000°C, pour produire des chlorures d'impuretés volatiles et du bioxyde de titane. Un brevet analogue, à savoir le brevet US n° 3 929 962, décrit également une réduction d'une source de titane à température élevée pour produire un sesquioxyde de titane qui est sous une forme facile à traiter en vue d'une séparation titane-fer. Un autre document antérieur, à savoir le brevet US n° 3 903 239 décrit un procédé pour récupérer du titane dans lequel de l'ilménite non grillée est lixiviée pendant une période de plusieurs jours à température ambiante pour récupérer environ 80 % du titane. De l'anhydride sulfureux est ajouté au cours de la lixiviation pour provoquer une précipitation du chlorure ferreux, et le bioxyde de titane est récupéré en diluant et en chauffant la solution.

Ainsi que cela sera démontré plus en détail ci-après, la demanderesse a maintenant découvert que des rendements améliorés en bioxyde de titane peuvent être obtenus en traitant des halogénures de titane d'une manière particulière.

La présente invention est relative à un procédé d'obtention de composés de titane tels que le bioxyde de titane avec d'excellents rendements. Plus particulièrement, la présente invention est relative à un procédé de récupération de titane métallique avec des rendements économiques, à partir d'une source de titane telle que l'ilménite. En utilisant le procédé selon l'invention, il est possible d'obtenir un excellent rendement en titane métallique en utilisant des minerais relativement pauvres comme matériaux de départ.

La présente invention a pour but de fournir un procédé amélioré de production de titane métallique.

Elle a également pour but de fournir un procédé hydrométallur-

gique d'obtention du titane avec des rendements élevés, sous la forme de rutil à partir de sources de titane telles que l'ilménite.

Selon un mode de réalisation, la présente invention réside dans un procédé de production de titane à partir d'une source de titane, qui consiste à broyer la source de titane, à soumettre la source broyée à un grillage réducteur à température élevée dans un milieu réducteur, à lixivier la source réduite à l'aide d'une solution de lixiviation comprenant un composé contenant un halogène, à séparer le matériau insoluble de la liqueur de lixiviation riche contenant des halogénures de titane, à traiter la liqueur de lixiviation pour précipiter le bioxyde de titane, et à récupérer le bioxyde de titane, ce procédé étant caractérisé en ce qu'il consiste à traiter la liqueur de lixiviation à l'aide d'un excès d'oxyde ferrique tout en maintenant une agitation de la solution, à récupérer les solides formés par le traitement à l'oxyde ferrique de l'halogénure de titane et à mélanger ces solides avec une deuxième solution de lixiviation afin de consommer le restant d'oxyde ferrique et à récupérer le bioxyde de titane résultant.

Un mode de réalisation spécifique de la présente invention réside dans un procédé de préparation de titane à partir d'ilménite qui consiste à broyer l'ilménite à une taille de particules appropriée, à soumettre l'ilménite broyée à un grillage réducteur à une température d'environ 600 à 1000°C, dans un milieu réducteur comprenant un mélange d'oxyde de carbone et d'hydrogène, à lixivier la source réduite à l'aide d'une solution aqueuse de chlorure d'hydrogène, à séparer le matériau insoluble de la liqueur de lixiviation riche, à refroidir la liqueur de lixiviation pour précipiter le chlorure ferreux et à séparer le chlorure ferreux de la liqueur de lixiviation, à traiter la liqueur de lixiviation avec un excès d'oxyde ferrique d'environ 2,5 à 50 fois la quantité stoechiométrique nécessaire pour réagir avec le chlorure de titane, à éliminer les solides qui se forment au cours du traitement à l'oxyde ferrique, à mélanger les solides avec une deuxième solution de lixiviation pour consommer le reste d'oxyde ferrique, et à récupérer le bioxyde de titane désiré.

D'autres caractéristiques et avantages de la présente invention seront mieux compris à la lecture de la description détaillée de la

présente invention, qui suit.

Comme décrit précédemment, la présente invention est relative à un procédé de préparation de rutil, facile à obtenir, à partir d'une liqueur de lixiviation contenant des halogénures de titane solubles. Le

5 procédé d'obtention du titane métallique désiré est réalisé en broyant une source de minerai telle que l'ilménite ou d'autres sources telles que du sable, qui contient le métal désiré, principalement le titane, ainsi que des quantités d'autres métaux tels que le fer, le vanadium, le chrome, le manganèse, etc..., à une taille de particule qui est inférieure à environ 0,50 mm. La source métallique broyée est ensuite

10 soumise à un grillage réducteur à température élevée allant d'environ 600 à 1000°C ou plus, et, de préférence, d'environ 600 à 900°C environ, en présence d'un gaz réducteur tel que l'hydrogène, l'oxyde de carbone, et des combinaisons d'oxyde de carbone et d'hydrogène, etc..., ou

15 d'autres agents réducteurs appropriés. Le grillage réducteur est réalisé pendant une période d'environ 0,5 à 2 heures ou plus. Dans le mode de réalisation préféré de la présente invention, l'atmosphère réductrice qui est utilisée pour réaliser le grillage, comprend habituellement un mélange d'environ 50 % d'oxyde de carbone et 50 % d'hydrogène,

20 un excès d'agent réducteur étant utilisé afin de réduire complètement le fer qui est présent dans le système, en métal. Il entre également dans le cadre de la présente invention, que le minerai broyé puisse être, si nécessaire, soumis à un grillage oxydant avant le grillage réducteur, ce grillage oxydant étant réalisé à une température d'environ 600 à 900°

25 C, en présence d'une atmosphère oxydante qui est fournie par la présence d'air ou d'oxygène. Cependant, cette étape n'est pas nécessairement présente dans le procédé de la présente invention. A la suite du grillage réducteur de la source métallique, cette source est ensuite soumise à une lixiviation à l'aide d'une solution aqueuse d'halogénure

30 d'hydrogène qui, dans le mode de réalisation préféré de l'invention, est une solution aqueuse de chlorure d'hydrogène, bien que d'autres halogénures d'hydrogène tels que le bromure d'hydrogène et l'iodure d'hydrogène puissent également être utilisés, mais non nécessairement avec des résultats équivalents. La lixiviation précédente de la source métallique est habituellement réalisée à une température qui peut aller de

35

la température ambiante à environ 110°C, le domaine préféré de température étant d'environ 80 à 100°C, pendant une période de temps de 0,25 jusqu'à une heure ou plus.

Après de lixiviation de la source métallique qui forme des halogénures de fer et des halogénures de titane solubles tels que le chlorure ferreux, le trichlorure de titane, etc..., le mélange est soumis à une étape de séparation dans laquelle la gangue solide est séparée des chlorures métalliques solubles, et rejetée. La séparation de la gangue solide des chlorures métalliques solubles peut être réalisée de toute manière appropriée par des moyens bien connus de la technique, lesdits moyens comprenant la décantation, la filtration, etc...

Selon un mode de réalisation du procédé de la présente invention, les halogénures métalliques solubles peuvent être ensuite refroidis à une température suffisante pour obtenir la cristallisation ou la précipitation du chlorure ferreux. Par exemple, la température à laquelle la cristallisation ou la précipitation du chlorure ferreux est obtenue, peut aller d'environ 0 à une température légèrement supérieure à la température ambiante ou à des températures aussi élevées que 90°C dans des cas extrêmes. Lorsqu'on utilise des températures inférieures à la température ambiante, la solution refroidie est maintenue à cette valeur de température inférieure à la température ambiante par des moyens externes tels qu'un bain de glace, un serpentín de refroidissement, etc... Après achèvement de la cristallisation du chlorure ferreux, les matières solides sont séparées du chlorure de titane dissous, tel que le trichlorure de titane, par des moyens classiques tels que la filtration, la décantation, etc...

Le bioxyde de titane désiré sous forme de rutil est obtenu en traitant la solution de lixiviation résultante, contenant le trichlorure de titane aqueux avec un oxyde métallique, et de préférence, de l'oxyde de fer, tel que l'oxyde ferrique. Ce dernier composé peut être obtenu en oxydant le chlorure ferreux solide qui a été séparé et récupéré de la solution de lixiviation d'une manière quelconque connue de la technique. Par exemple, le chlorure ferreux peut être oxydé à des températures d'environ 300 à 800°C, par mise en contact avec un gaz contenant de l'oxygène tel que l'air ou de l'oxygène, afin que les chlorures ferreux

soient convertis en oxyde ferreux et oxyde ferrique, ce dernier composé étant la forme prédominante de l'oxyde de fer. Le traitement de la solution de lixiviation contenant le trichlorure de titane pour engendrer la réaction d'hydrolyse est réalisé en ajoutant le matériau contenant de l'oxyde de fer à la solution de lixiviation. Afin d'obtenir la nucléation efficace du rutil, il a été découvert que la quantité d'oxyde de fer qui est utilisée doit être présente en un large excès, et de préférence présente en une quantité d'environ 2,5 à 50 fois la quantité stoechiométrique qui est nécessaire pour réagir avec l'halogénure de titane tel que le trichlorure de titane. Le large excès est ajouté à la liqueur de lixiviation chargée, tout en maintenant une agitation de la solution.

Après avoir laissé la réaction se dérouler pendant une période qui peut aller de une à dix minutes ou plus, les matériaux solides qui se sont formés sont éliminés de la solution et ensuite mélangés avec une deuxième solution de lixiviation qui contient une quantité suffisante d'halogénure de titane pour réagir complètement avec l'oxyde de fer qui reste dans les matières solides. La réaction de l'oxyde ferrique avec le composé de titane est réalisée à des températures élevées qui peuvent aller d'environ 70 à 100°C ou plus et, de préférence, d'environ 75 à 95°C. A la suite de la seconde réaction, les matières solides peuvent être récupérées par séparation de la liqueur de lixiviation appauvrie qui contient du chlorure ferreux et récupérés par des moyens classiques ou, si on le désire, le bioxyde de titane peut être à nouveau traité pour récupérer le titane métallique.

Si on le désire, le procédé peut également être réalisé d'une manière différente en traitant la liqueur de lixiviation riche contenant les halogénures de métal solubles qui ont été séparés de la gangue insoluble en utilisant un excès d'oxyde ferrique en une quantité exposée ci-dessus plus en détail. A la fin de la nucléation et de la précipitation du composé de titane en deux étapes, comme décrit ci-dessus, les matières solides qui comprennent le bioxyde de titane sont ensuite séparées du liquide. A la suite de la séparation, le liquide est ensuite refroidi à une température comprise dans la gamme indiquée ci-dessus, afin de réaliser la cristallisation du chlorure ferreux. Le chlorure ferreux solide peut ensuite être traité soit par une étape de réduction directe pour former

du fer métallique et du chlorure d'hydrogène ou, si on le désire, il peut être soumis à une étape d'oxydation par traitement à l'aide de gaz contenant de l'air ou de l'oxygène à une température d'environ 300 à 800°C pour former de l'oxyde ferrique. L'oxyde ferrique peut ensuite être
5 recyclé à l'étape dans laquelle la liqueur de lixiviation riche est mise en contact avec un excès d'oxyde ferrique pour former le bioxyde de titane désiré.

Le procédé de la présente invention peut être réalisé de toute manière appropriée et peut comprendre soit un fonctionnement en continu, soit un fonctionnement en discontinu. Par exemple, selon un mode
10 de réalisation du procédé, lorsqu'un fonctionnement en discontinu est mis en oeuvre, la source contenant le titane, qui a été broyée ou concassée à la taille de particule désirée, habituellement environ moins de 0,50 à moins de 0,149 mm, est placée dans un appareil tel qu'un four dans
15 lequel elle est grillée à une température comprise dans la gamme indiquée précédemment, alors qu'on soumet le minerai à une atmosphère réductrice telle qu'un mélange d'oxyde de carbone et d'hydrogène. Après achèvement du grillage réducteur, le minerai broyé est ensuite placé dans un deuxième récipient dans lequel il est soumis à une opération
20 de lixiviation par contact avec du chlorure d'hydrogène aqueux tel que de l'acide chlorhydrique concentré, alors que la température est maintenue entre environ 80 et 105°C. Après achèvement de l'opération de lixiviation désirée, le matériau solide tel que la gangue et/ou des composés métalliques insolubles sont séparés de la liqueur de lixiviation
25 riche qui est ensuite récupérée. Un procédé de traitement de la liqueur de lixiviation riche consiste à placer ensuite cette liqueur de lixiviation dans une cuve ou un autre appareil de ce type qui est ensuite refroidi ou qui est maintenu à une température relativement froide afin de faire cristalliser le chlorure ferreux. Après précipitation
30 du chlorure ferreux, la liqueur de lixiviation contenant le chlorure de titane soluble est séparée du chlorure ferreux solide par des moyens classiques tels que filtration, centrifugation, etc..., et placée dans un autre appareil ou elle est mise en contact avec un excès d'oxyde ferrique afin de réaliser l'opération qui a déjà été décrite précédemment.

L'appareil qui est utilisé pour le traitement à l'oxyde ferrique est muni de moyens de chauffage ainsi que d'agitation qui permettent l'agitation du mélange au moyen d'agitateurs mécaniques ou d'autres moyens, afin de maintenir la solution dans un état agité au cours de la période de nuclé-
5 ation qui peut aller de une à dix minutes ou plus. Après achèvement de la période de nucléation désirée et de la formation concomitante de bioxyde de titane, les solides sont séparés et mis en contact avec une seconde quantité de liqueur de lixiviation contenant du chlorure de titane afin de consommer la quantité restante d'oxyde ferrique qui est présente.
10 Le bioxyde de titane solide est ensuite séparé du chlorure de fer soluble qui s'est formé au cours de la réaction, et est récupéré.

En variante, si on le désire, la liqueur de lixiviation riche après récupération suivant la séparation de la gangue insoluble, peut être traitée à température élevée avec de l'oxyde ferrique avant l'élimina-
15 tion du chlorure ferreux qui est présent dans la liqueur de lixiviation avec le chlorure de titane. Après traitement de la liqueur de lixiviation avec l'excès d'oxyde ferrique, d'une manière analogue à celle exposée précédemment, le bioxyde de titane solide est récupéré alors que le chlorure ferreux soluble initialement présent dans la liqueur de lixivia-
20 tion et le chlorure ferrique supplémentaire qui s'est formé par la réaction entre l'oxyde ferrique et le chlorure de titane, peut être ensuite précipité par refroidissement de la liqueur pour former du chlorure ferreux solide. Le chlorure ferreux peut ensuite être traité soit par une étape de réduction, soit par une étape d'oxydation. Si cette première
25 étape est mise en oeuvre, à savoir, la réduction directe de chlorure ferreux par traitement avec de l'hydrogène à température élevée, le fer métallique résultant qui se forme, peut être récupéré alors que le chlorure d'hydrogène peut être recyclé vers la liqueur de lixiviation. En variante, lorsque le chlorure ferreux est soumis à une étape d'oxy-
30 dation par traitement avec un gaz contenant de l'oxygène ou de l'oxygène, à température élevée, l'oxyde ferrique qui se forme peut être recyclé vers l'étape de récupération du bioxyde de titane, l'oxyde ferrique agissant comme agent de nucléation.

Il entre également dans le cadre de la présente invention, que
35 le procédé soit mis en oeuvre dans un fonctionnement en continu.

Lorsqu'on utilise un tel type de fonctionnement, le minerai qui a été broyé ou concassé à la taille de particules désirée est introduit dans un appareil tel qu'un four à une vitesse prédéterminée, alors qu'il est soumis à l'action d'une atmosphère réductrice telle que l'hydrogène ou une combinaison d'oxyde de carbone et d'hydrogène et que la température est maintenue dans le four entre environ 600 et 1000°C. Après achèvement du passage dans le four, le minerai réduit est chargé en continu dans la zone de lixiviation dans laquelle il est mis en contact avec une solution de lixiviation aqueuse comprenant un halogénure d'hydrogène tel que le chlorure d'hydrogène et après passage à travers la zone de lixiviation qui est maintenue à une température élevée comprise dans la gamme exposée ci-dessus, la solution contenant les chlorures métalliques soluble tel que le chlorure de fer et le chlorure de titane, est séparée de la gangue solide. Selon un mode de réalisation, la liqueur de lixiviation riche est ensuite chargée en continu dans une zone de cristallisation qui est maintenue à une température plus faible afin de faciliter la précipitation ou la cristallisation du chlorure ferreux. La liqueur de lixiviation contenant le chlorure de titane soluble est soutirée en continu de cette zone et introduite dans une zone de précipitation dans laquelle elle est mise en contact avec un excès d'oxyde ferrique alors que la solution est maintenue dans un état agité. Les matériaux solides comprenant l'oxyde ferrique en excès et le bioxyde de titane, sont séparés du chlorure ferreux soluble résultant et mis en contact avec une seconde liqueur de lixiviation contenant du chlorure de titane soluble afin de consommer l'excès d'oxyde ferrique précité. Les matériaux solides qui résultent de ce second traitement et qui comprennent le bioxyde de titane, sont récupérés et traités d'une manière classique. Le chlorure ferreux qui a été séparé du liquide de lixiviation peut, si on le désire, être introduit dans une zone d'oxydation dans laquelle il est mis en contact avec un gaz contenant de l'oxygène, à une température élevée d'environ 300 à 800°C, pour former de l'oxyde ferrique, ce composé étant ensuite utilisé pour traiter la liqueur de lixiviation contenant le chlorure de titane soluble, alors que le chlorure d'hydrogène qui se forme au cours de cette réaction d'oxydation est recyclé vers la zone de lixiviation pour former une partie de la charge de solution de.

lixiviation.

En variante, la liqueur de lixiviation riche qui a été séparée de la gangue solide, peut être traitée avec de l'oxyde ferrique avant que le chlorure ferreux n'ait été précipité. Le contact avec l'oxyde ferrique est réalisé d'une manière analogue à celle indiquée précédemment et, à la suite de ce contact, du bioxyde de titane solide se forme et est soutiré en continu et récupéré. La solution de chlorure ferreux soluble qui, à ce stade, contient une quantité supplémentaire de chlorure ferreux en raison de la formation de ce dernier au cours de la précipitation du bioxyde de titane, est cristallisée par passage en continu dans une zone de cristallisation qui est maintenue à une température plus faible. Le chlorure ferreux solide peut être ensuite récupéré en continu de cette zone de cristallisation et traité soit par une étape de réduction directe, soit par une étape d'oxydation, afin de fournir le fer métallique désiré et éventuellement l'oxyde ferrique, si cela est souhaité.

L'exemple suivant est donné à des fins d'illustration du procédé de la présente invention.

EXEMPLE

Un minerai d'ilménite canadien est broyé grossièrement dans un broyeur, à une taille de particules inférieure à 0,230 mm et est grillé pendant une période d'une heure à 750°C dans un courant de 650 ml par mn d'hydrogène et de 650 ml par mn d'oxyde de carbone. A la fin de ce temps de grillage, 50 g de minerai réduit est mélangé avec 300 ml d'acide chlorhydrique et chauffé à une température de 100°C. Le minerai est lixivié à cette température pendant une période de 15 mn puis la solution est filtrée. Après filtration, le filtrat est refroidi à température ambiante pour précipiter le chlorure ferreux. Les matériaux solides qui sont récupérés sont lavés et séchés. A la suite de cette étape, 100 ml de liquide qui est analysé et contient 25 g/l de fer, 49 g/l de titane et 0,42 g/l de vanadium, est chauffé à 80°C et un large excès d'oxyde ferrique en une quantité de 26,0 g est ajouté sous agitation de la solution. La réaction est poursuivie pendant une période de 5 mn sous agitation, puis les matériaux solides sont récupérés par filtration, lavés, séchés et broyés à une taille inférieure à 0,177 mm. L'analyse

de ce liquide indique la présence de 150 g/l de fer et de seulement 0,12 g/l de titane, ce qui correspond à une récupération de titane de 99,8 %. Les matériaux solides qui résultent de la première réaction sont ensuite ajoutés à une nouvelle portion de 100 ml de la solution récupérée de la séparation de chlorure ferreux. La solution est à nouveau agitée et mise à réagir pendant 5 mn à 80°C. A la fin de cette période, la solution est à nouveau filtrée et les matériaux solides lavés et séchés. Les matériaux solides qui correspondent à 12,58 g de rutil contenant des proportions secondaires de fer, de magnésium, de vanadium, et de cobalt, sont récupérés. Il est à noter, ainsi que cela a été précédemment indiqué, que le premier traitement avec un excès d'oxyde ferrique conduisait à une récupération de titane de 99,8 %, alors que la deuxième réaction du bioxyde de titane contenant l'oxyde ferrique n'ayant pas réagi avec la solution contenant le chlorure de titane, conduit à une récupération de 66 % de titane pour une récupération totale de 84 %.

Un essai analogue dans lequel uniquement un léger excès d'oxyde ferrique a été ajouté à une liqueur de chlorure de titane, au cours d'un procédé de précipitation en une seule étape, n'a produit aucun précipité de rutil. L'avantage résultant de ce procédé apparaît donc nettement.

REVENDECATIONS

1. Procédé de production de titane à partir d'une source contenant du titane, consistant à :
- a) broyer la source contenant du titane;
 - 5 b) soumettre la source broyée à un grillage réducteur à température élevée dans un milieu réducteur;
 - c) lixivier la source réduite à l'aide d'une solution de lixiviation contenant un composé contenant un halogène;
 - d) séparer les matériaux insolubles de la liqueur de lixiviation
 - 10 riche contenant des halogénures de titane;
 - e) traiter la liqueur de lixiviation pour précipiter le bioxyde de titane, et
 - f) récupérer le bioxyde de titane,
- caractérisé en ce qu'il consiste à traiter la liqueur de lixiviation avec
- 15 un excès d'oxyde ferrique tout en maintenant la solution sous agitation, à récupérer les matériaux solides formés par le traitement à l'oxyde ferrique, de l'halogénure de titane et à mélanger ces matériaux solides avec une seconde solution de lixiviation afin de consommer l'oxyde ferrique restant et à récupérer le bioxyde de titane résultant.
 - 20 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'excès d'oxyde ferrique est compris entre environ 2,5 et 50 fois la quantité stoechiométrique nécessaire pour réagir avec l'halogénure de titane.
 - 3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que
 - 25 la précipitation du bioxyde de titane par addition d'oxyde ferrique est réalisée à une température d'environ 70 à 100°C.
 - 4. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le traitement de la liqueur de lixiviation à l'aide de l'oxyde ferrique est réalisé pendant une période de temps
 - 30 d'environ une à dix minutes.
 - 5. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le grillage réducteur est réalisé à une température d'environ 600 à 1000°C.
 - 6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que le milieu réducteur est de l'hydrogène.
 - 35 7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5,

caractérisé en ce que le milieu réducteur est un mélange d'hydrogène et d'oxyde de carbone.

8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que la lixiviation de la source réduite est réalisée à une température allant de la température ambiante à environ 110°C.

9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que le composé contenant un halogène dans la solution de lixiviation est le chlorure d'hydrogène.